

文章编号: 2095-4980(2014)05-0663-05

太赫兹时域光谱系统检测 MCT 陶瓷太赫兹性能

熊兆贤, 黄金保, 薛 昊, 邱 虹, 宋春晓

(厦门大学 材料学院, 福建 厦门 361005)

摘 要: 通过固相反应法制备 $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ 陶瓷, 采用太赫兹时域光谱系统测试该陶瓷样品的时域光谱, 经过计算得到 0.2 THz~2.5 THz 频率范围内陶瓷的电容率和吸收系数; 介质陶瓷的电容率随烧结温度升高先增大后减小, 烧结条件为 1 260 °C×3 h 的陶瓷性能最佳, 在 1 THz 处电容率为 18.68, 吸收系数为 8.52 cm^{-1} , 可望应用于太赫兹整机设备中的材料与元器件。

关键词: 太赫兹; 时域光谱; 陶瓷; 电容率; 吸收系数

中图分类号: TN929.1

文献标识码: A

doi: 10.11805/TKYDA201405.0663

Terahertz time-domain spectroscopy for MCT ceramics

XIONG Zhao-xian, HUANG Jin-bao, XUE Hao, QIU Hong, SONG Chun-xiao

(College of Materials, Xiamen University, Xiamen Fujian 361005, China)

Abstract: Ceramics of $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ are prepared via solid-state reaction route. Terahertz time-domain spectroscopy is adopted to obtain permittivity and absorption coefficient of the samples. It is found that the best properties for the ceramics sintered at 1 260 °C for 3 h are displayed with permittivity of 18.68 and absorption coefficient of 8.52 cm^{-1} at 1 THz. This kind of ceramics may be suitable for application of Terahertz devices.

Key words: Terahertz; time-domain spectroscopy; permittivity ceramics; absorption coefficient

太赫兹波所提供的通信带宽比一般微波宽得多, 太赫兹波通信技术一方面能够获得相比于现有微波通信宽带技术高的传输速率, 另一方面它与可见光相比有较强的云雾穿透能力, 这就使得在高保密的星间通信上, 太赫兹通信能以高带宽运作^[1-3]; 由于太赫兹波所处的特殊频率范围, 是现阶段手机通信使用频率的 1 000 倍上下, 它是很好的宽带信息载体, 经过特别选择太赫兹波段避开水汽吸收窗口, 有望在局域网、短距离通信甚至星地间利用太赫兹电磁波进行宽带无线通信, 从而扩展高速信息网络工作频带^[4-6]。现有太赫兹工作主要针对太赫兹波源、太赫兹波传输和太赫兹检测^[7-9], 很少涉及品种多样、成本低廉的陶瓷材料在太赫兹频段的性能研究。为了获得在太赫兹频段具有较好性能的陶瓷材料, 本文采用太赫兹时域光谱系统(频率范围为 0.2 THz~2.5 THz)对于钛酸镁钙陶瓷($\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$, MCT)在太赫兹频段的性能进行实验研究, 为太赫兹整机系统应用提供物美价廉的材料与元器件。

1 实验

采用固相反应法制备 $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ 介质陶瓷, 其中坯体材料放入氧化铝坩埚后置于马弗炉中, 以 2 °C/min~5 °C/min 的升温速率升温, 加热至不同的烧结温度后保温 2 h~4 h, 在空气气氛中烧结成瓷, 再随炉冷却至室温, 尝试多个烧结温度和时间, 以寻求最佳烧结工艺参数。利用立陶宛 Ekspla 公司的太赫兹时域光谱系统(Time-Domain Spectroscopy, TDS), 对陶瓷样品的反射时域光谱和透射时域光谱进行测试; 然后利用 Dorney T D 和 Duvillaret L D 等人提出的 THz 时域光谱技术提取材料光学常数的模型^[7-8]。

收稿日期: 2014-07-23; 修回日期: 2014-08-12

基金项目: 国家 863 计划资助项目(2001AA325100)

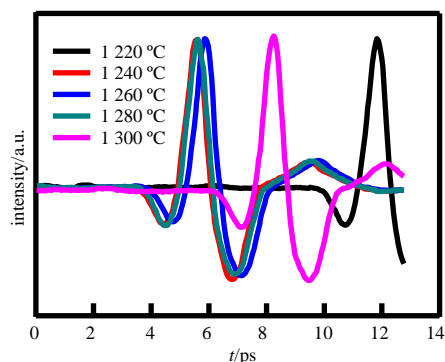


Fig.1 Terahertz reflection time-domain spectroscopy for MCT ceramics at different sintering temperatures
图 1 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品反射时域谱

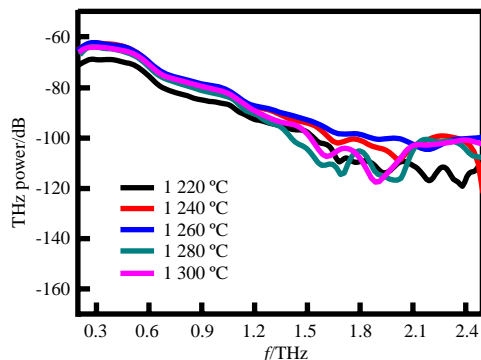


Fig.2 Terahertz reflection frequency-domain spectroscopy for MCT ceramics at different sintering temperatures
图 2 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品反射频域谱

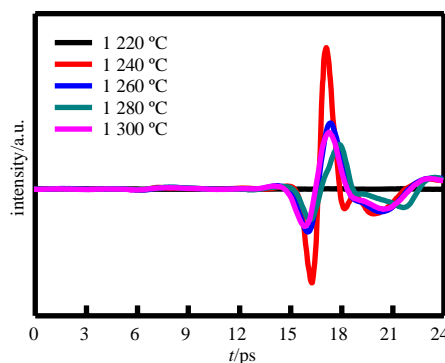


Fig.3 Terahertz transmission time-domain spectroscopy for MCT ceramics at different sintering temperatures
图 3 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品透射时域谱

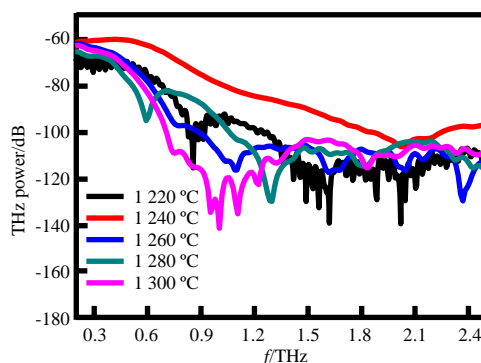


Fig.4 Terahertz transmission frequency-domain spectroscopy for MCT ceramics at different sintering temperatures
图 4 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品透射频域谱

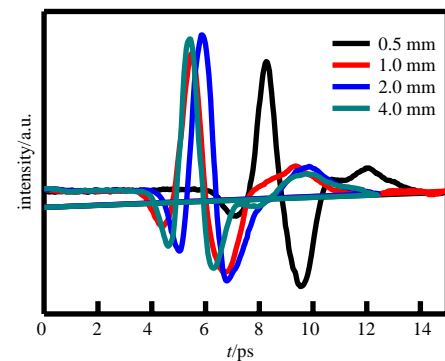


Fig.5 Terahertz reflection time-domain spectroscopy for MCT ceramics with different thicknesses
图 5 不同厚度的 MCT 陶瓷样品反射时域谱

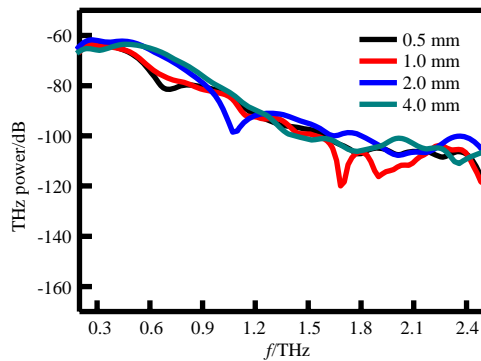


Fig.6 Terahertz reflection frequency-domain spectroscopy for MCT ceramics with different thicknesses
图 6 不同厚度的 MCT 陶瓷样品反射频域谱

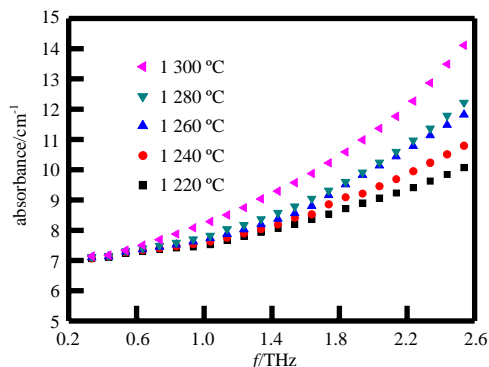


Fig.7 Frequency dependence of absorbance for MCT ceramics at different sintering temperatures
图 7 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品的吸收系数随频率变化关系

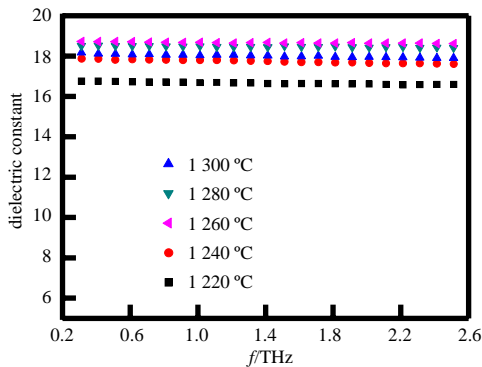


Fig.8 Frequency dependence of dielectric constant for MCT ceramics at different sintering temperatures
图 8 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品的介电常数随频率变化关系

2 结果与讨论

2.1 烧结条件对陶瓷太赫兹时域光谱的影响

经过不同烧结条件(1 220 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 240 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 260 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 280 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 300 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$)烧结成型的 MCT 陶瓷样品的反射时域谱见图 1, 经快速傅里叶变化后的频域谱见图 2, 由两者给出的信息计算样品的电容率和吸收系数。经不同温度烧结的样品在 0.2 THz~2.5 THz 频段的回波损耗在 -60 dB~-120 dB 之间变化。随着 THz 频率的升高, 回波损耗有增大的趋势, 可能是因为入射太赫兹波频率与原子在平衡位置的固有振动频率接近而产生谐振使得损耗增大; 在 1.6 THz 之前基本呈线性变化, 在 2.39 THz 处达到最大为 120 dB 左右。在信号尾端的小振荡是由于在测试样品的太赫兹时域光谱时抽真空过程难于完全把水蒸气清除而引起。从时域谱可以看出, 在不同烧结温度下, 不同 MCT 陶瓷探测到的电场强度基本保持不变; 随着烧结温度的升高, MCT 陶瓷对太赫兹波的吸收有增大的趋势, 主要是因为烧结温度的升高会使得陶瓷致密度增大, 而太赫兹频段的电磁波能穿透陶瓷内部的气孔。

经过不同烧结条件(1 220 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 240 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 260 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 280 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$, 1 300 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$)烧结的 MCT 陶瓷样品的透射时域谱见图 3, 其对应频域谱见图 4, 由两者给出的信息计算材料的电容率和吸收系数。经不同温度烧结的样品(0.2 THz~2.5 THz)的传输损耗在 -60 dB~-138 dB 之间变化。随着 THz 频率升高, 传输损耗在几个特征频点产生吸收峰, 主要是因为入射太赫兹波频率与原子在平衡位置的固有振动频率接近而产生谐振使得陶瓷对太赫兹波产生更多的吸收。参考 MCT 陶瓷的拉曼光谱, 不同频点处出现传输损耗的吸收峰, 主要是因为不同原子基团的振动吸收引起。在信号尾端的小振荡是由于测试样品的太赫兹时域光谱时, 抽真空过程中不可能完全把水蒸气清除所引起。从时域谱可以看出, 随着烧结温度的变化, 不同 MCT 陶瓷探测到的电场强度发生改变, 这主要是因为传输过程中损耗的变化引起。

2.2 厚度对陶瓷太赫兹时域光谱的影响

经 1 280 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$ 烧结成型的不同厚度(0.5 mm, 1 mm, 2 mm, 4 mm)的 MCT 陶瓷样品的反射时域谱见图 5, 经快速傅里叶变化获得频域谱见图 6, 由两者给出的信息计算材料的电容率和吸收系数。不同厚度的样品(0.2 THz~2.5 THz)的回波损耗在 -60 dB~-120 dB 之间变化。随着 THz 频率的升高, 回波损耗有增大的趋势, 主要是因为陶瓷样品的厚度越大, 对太赫兹的吸收越多; 而不同频点处出现传输损耗的吸收峰, 主要是因为不同原子基团振动吸收引起的。从时域谱可以看出, 随样品厚度变化, 不同 MCT 陶瓷探测到的电场强度变化不大。

2.3 太赫兹性能测试结果及其讨论

在 0.2 THz~2.5 THz 频段范围内, 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品吸收系数随频率变化关系见图 7, 介质的吸收系数 α (单位是 cm^{-1})的量纲是长度的倒数, 其中光所通过的 MCT 陶瓷样品厚度为 $2\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$; 陶瓷样品对太赫兹波的吸收越大, 光强衰减到原来 $1/e$ 所需的厚度就越小, 从图中可知陶瓷吸收系数在 $7.2\text{ cm}^{-1}\sim 14.4\text{ cm}^{-1}$ 之间变化, 经 1 220 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$ 烧结的陶瓷整体吸收系数最小; 不同烧结温度得到陶瓷的吸收系数随着频率的升高而增大, 结合陶瓷密度随烧结温度的变化曲线可知, 随着烧结温度的升高, 陶瓷密度先增大后趋近于饱和。随着频率的升高, 吸收系数逐渐增大, 主要是因为晶格中声子振动的频率集中在太赫兹频段, 而频率越高, 声子随频率振动的振幅变大, 使得陶瓷介质对太赫兹波的吸收增强。另外, 陶瓷致密度(对应气孔率)的差别也有影响, 电磁波的频率越高, 对气孔的穿透越强, 而导致气孔的影响因素升高。

在 0.2 THz~2.5 THz 频段范围内, 不同温度烧结成型的 MCT 陶瓷样品的电容率随频率变化关系见图 8, MCT 陶瓷在太赫兹频段依然保持较高电容率(为 18 左右), 对于每个温度点烧结成型 MCT 陶瓷, 其电容率在该频段较宽范围内保持稳定。在 1.5 THz 处, 电容率随烧结温度变化见图 9, MCT 陶瓷的电容率随着试样的热处理温度的升高先增大后略有降低, 当烧结条件为 1 260 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$ 时, 电容率最大为 18.68; 在烧结条件 1 280 $^{\circ}\text{C}\times 3\text{ h}$ 时, 电容率为 18.34。原因可能是因为陶瓷经过较低的温度烧结成型时, 样品密度较小, 气孔率较高; 而随着温度升高, 气孔率降低, 晶粒分布均匀, 使陶瓷致密化程度提高, 电容率增大; 但当烧结温度过高时, 陶瓷内部晶粒发生异常长大, 而使内部缺陷增多, 降低陶瓷介电性能。

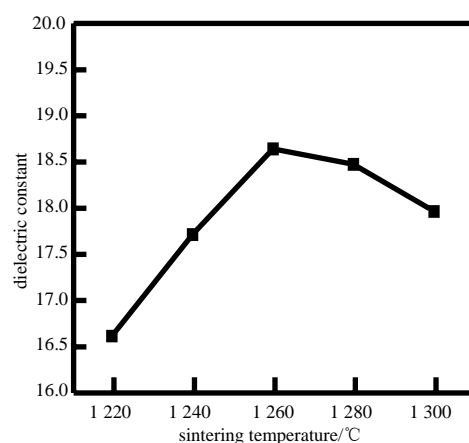


Fig.9 Relationship between dielectric constant and sintering temperature for MCT ceramics
图9 电容率随烧结温度变化关系(1.5 THz)

3 结论

基于太赫兹时域光谱系统(THz-TDS)测试 $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ 陶瓷的时域光谱, 得到 0.2 THz~2.5 THz 频率范围内的太赫兹性能; 发现太赫兹频段陶瓷样品的电容率随烧结温度的升高先呈增大趋势而后稍微降低并趋于饱和, MCT 陶瓷具有稳定的电容率、较小的介电损耗和吸收系数; 烧结条件为 $1\ 260\ ^\circ\text{C}\times 3\ \text{h}$ 时陶瓷的太赫兹性能最佳, 电容率为 18.68, 吸收系数为 $8.52\ \text{cm}^{-1}$; 有望用于太赫兹整机设备中的材料与元器件, 相关实验结果将以别的论文方式发表。

参考文献:

- [1] 郑新,刘超. 太赫兹技术的发展及在雷达和通讯系统中的应用[J]. 微波学报, 2010,26(6):1-6. (ZHENG Xin,LIU Chao. Development of THz Technology and Its Applications of Radar and Communication System[J]. J. Microwave, 2010,26(6):1-6.)
- [2] 王忆锋,毛京湘. 太赫兹技术的发展现状及应用前景分析[J]. 光电技术应用, 2008,23(1):1-4. (WANG Yi-feng,MAO Jing-xiang. Progress of THz Technology and Its Applications[J]. Application of Optoelectronic Technology, 2008,23(1):1-4.)
- [3] 闵碧波,曾嫦娥,印欣,等. 太赫兹技术在军事和航天领域的应用[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2014,12(3):351-354. (MIN Bi-bo,ZENG Chang-e,YIN Xin,et al. Application of terahertz techniques in military and space[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2014,12(3):351-354.)
- [4] Auston D H. Picosecond optoelectronic switching and gating in silicon[J]. Appl. Phys. Lett., 1975,26(3):101-103.
- [5] Smith P R. Picosecond optoelectronic switching in GaAs[J]. Appl. Phys. Lett., 1977,30(2):84-86.
- [6] Auston D H,Johnson A M,Smith P R,et al. Picosecond optoelectronic detection, sampling, and correlation measurements in amorphous semiconductors[J]. Appl. Phys. Lett., 1980,37(4):371-373.
- [7] Smith P R,Auston D H,Johnson A M,et al. Picosecond photoconductivity in radiation-damaged silicon-on-sapphire films[J]. Appl. Phys. Lett., 1981,38(1):47-50.
- [8] Timothy D,Richard G,Daniel M. Material parameter estimation with terahertz time-domain spectroscopy[J]. Opt. Soc. Am. A., 2001,18(2):1562-1571.
- [9] Duvillaret L,Garet F,Coutaz J. Highly precise determination of optical constants and sample thickness in terahertz time-domain spectroscopy[J]. Appl. Opt., 1998,38(2):409-415.

作者简介:



熊兆贤(1962-), 男, 福建省永定县人, 博士, 教授, 主要从事光电材料与元器件研究.
email:zxixiong@xmu.cn.

黄金保(1990-), 男, 江西省人, 硕士, 主要从事功能材料与元器件研究.

薛 昊(1978-), 男, 辽宁省锦州市人, 博士, 副教授, 主要从事功能材料与元器件研究.

邱 虹(1978-), 男, 福建省人, 硕士, 主要从事功能材料与元器件研究.

宋春晓(1982-), 男, 福建省人, 硕士, 主要从事功能材料与元器件研究.